

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

5  
J1036 U.S. PTO  
09/990857



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年12月21日

出願番号

Application Number:

特願2000-389433

出願人

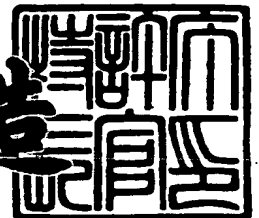
Applicant(s):

株式会社メックインターナショナル  
尾嶋 平次郎

2001年11月 2日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3096971

【書類名】 特許願

【整理番号】 K00-248

【特記事項】 特許法第 3 0 条第 1 項の規定の適用を受けようとする特  
許出願

【提出日】 平成12年12月21日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C10M107/00

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県刈谷市下重原町 4 - 7

    【氏名】 尾嶋 平次郎

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県豊田市柿本町 7 丁目 1 6 番地 1 株式会社メック  
    インターナショナル内

    【氏名】 河原 文雄

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県豊田市柿本町 7 丁目 1 6 番地 1 株式会社メック  
    インターナショナル内

    【氏名】 伴野 満

【特許出願人】

    【識別番号】 593078257

    【氏名又は名称】 株式会社メックインターナショナル

【特許出願人】

    【識別番号】 594153959

    【氏名又は名称】 尾嶋 平次郎

【代理人】

    【識別番号】 100091742

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 小玉 秀男

    【電話番号】 052-588-3361

【選任した代理人】

【識別番号】 100108512

【弁理士】

【氏名又は名称】 村瀬 裕昭

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 077459

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 架橋錯体含有潤滑剤

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 金属材料を塑性加工する際に用いられる潤滑剤であって、以下の条件：

(1). 中心金属原子を二以上有する；

(2). 該二以上の中心金属原子間には、一又は二以上の多座配位子が架橋されている；

(3). それら中心金属原子の少なくとも一つには、金属原子へ配位可能な配位原子であって該二以上の中心金属原子のいずれにも配位していない原子を一又は二以上有する多座配位子が部分的に配位している；

をいずれも具備して成る架橋錯体を潤滑主剤として含む潤滑剤。

【請求項 2】 前記二以上の中心金属原子は、亜鉛、マンガン、鉄、モリブデン、錫、アンチモン及び銅から成る群から選択される少なくとも一種の金属イオンである、請求項 1 に記載の潤滑剤。

【請求項 3】 前記(2). に記載の多座配位子に含まれる配位原子の少なくとも一つは酸素である、請求項 1 または 2 に記載の潤滑剤。

【請求項 4】 前記(2). に記載の多座配位子は、ヒドロキシル基、カルボキシル基又はカルボニル基由来の酸素原子を配位原子として有する無機酸および有機酸ならびにそれらの塩から成る群から選択される、請求項 3 に記載の潤滑剤。

【請求項 5】 前記二以上の中心金属原子の少なくとも一つに、硫黄を配位原子として有する配位子が配位している、請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の潤滑剤。

【請求項 6】 前記(3). に記載の多座配位子は、前記金属原子へ配位可能な原子であって前記二以上の中心金属原子のいずれにも配位していない原子として酸素原子を有している、請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載の潤滑剤。

【請求項 7】 前記(3). に記載の多座配位子は、配位原子となり得る酸素原子を含むヒドロキシル基、カルボキシル基又はカルボニル基を有する無機酸、有機酸、アミン系化合物及びそれらの誘導体並びにそれらの塩から成る群から選択される、請求項 6 に記載の潤滑剤。

【請求項 8】 請求項 1～7 のいずれかに記載の潤滑剤の潤滑主剤を水に溶解若しくは分散させて成る、金属材料を塑性加工する際に用いられる潤滑液。

【請求項 9】 さらに界面活性剤を含有する、請求項 8 に記載の潤滑液。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】 本発明は、鋼材その他の金属材料を塑性加工する際に用いられる潤滑剤に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】 金属材料に、鍛造、押出し、引抜き、圧延、プレス等の塑性加工を施す場合、金属材料（被加工材）と型との間の摩擦を低減し、かじり、焼き付き等の発生を防止する必要がある。

この目的のため、塑性加工前の金属材料表面に化成潤滑皮膜を形成する処理が行われている。例えば、かかる潤滑皮膜を形成する方法として従来もっとも一般的なものは、金属材料表面に先ずキャリア（下地化成皮膜）としての役割を持つリン酸塩皮膜等を形成し、その上に金属石鹼膜を形成する方法である。例えば、金属材料をリン酸亜鉛等のリン酸塩溶液に浸漬し、その表面にリン酸亜鉛又はリン酸鉄系の化成皮膜（以下、かかる皮膜を単に「リン酸皮膜」という。）を形成する。次いで、当該金属材料を弱アルカリ性脂肪酸アルカリ金属塩等の石鹼溶液に浸漬し、リン酸皮膜上に金属石鹼膜及び／又は未反応石鹼膜を形成する。

このような化成潤滑皮膜形成方法によると、金属材料表面に比較的良質な表面保護膜（即ち潤滑皮膜）が得られ、金属材料の重加工（面積拡大比 $\alpha$ が比較的大きい塑性加工をいう。以下同じ。）が可能となる。

【0 0 0 3】

しかしながら、上記したような従来の潤滑皮膜形成方法では性状の異なる 2 種以上の膜（即ちリン酸皮膜等の下地化成皮膜と石鹼膜）を形成する必要上、その皮膜形成過程において、水洗、湯洗、酸洗等の相互に内容の異なる洗浄処理を何回も行う必要がある。このため、処理工程が煩雑であるとともに、上記リン酸皮膜及び金属石鹼膜の形成に長時間（一般に 30 分以上）を要していた。しかもこれら洗浄を行うための装置を個々に用意する必要がある。

このため、リン酸皮膜形成に基づく潤滑皮膜形成処理の実施は、塑性加工の高エネルギー消費及びコスト高の一要因となり得た。

【0004】

一方、これら潤滑皮膜形成に関する問題を克服するために、加工油の利用が検討されている。例えば、特開平7-118682号公報には、鉱油の中に、高級アルキル基を導入して親油性が付与された亜鉛ジチオフォスフェート、モリブデンジチオカーバメート等の亜鉛ないしモリブデンの塩を分散させた加工油が提案されている。この加工油によると上述の課題の多くは解決されるが、油を主成分とするために、周辺の機械に油が付着したり、オイルミストが発生する等、作業環境の悪化が避けられない。さらに塑性加工後に金属材料表面を脱脂処理する必要がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】   そこで本発明は、潤滑皮膜形成に関する従来の問題点を克服すべく創出されたものであり、その目的とするところは、作業環境を悪化させることなく、簡便且つ短時間に金属材料や型の表面に良好な潤滑層を形成し得る潤滑剤を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段、作用及び効果】   上記目的を達成すべく本発明によって提供される潤滑剤は、鋼材その他の金属材料を塑性加工する際に好適に用いられる潤滑剤であって以下の条件をいずれも具備して成る架橋錯体を潤滑主剤（主成分）として含む。

すなわち、本発明の潤滑剤に含まれる架橋錯体は、(1).中心金属原子（金属イオン）を二以上有する。また、(2).当該二以上の中心金属原子間には、一又は二以上の多座配位子（以下「第1多座配位子」という。）が架橋されている。また、(3).それら中心金属原子の少なくとも一つには、金属原子へ配位可能な配位原子であって当該二以上の中心金属原子のいずれにも配位していない原子を一又は二以上有する多座配位子（以下「第2多座配位子」という。）が部分的に配位している。

ここで所定の中心金属原子について、ある多座配位子が「部分的に配位してい

る」とは、当該多座配位子の有する複数の配位可能な原子（配位原子）の一部のみが当該中心金属原子の配位座に配位していることをいう。

なお、本明細書において「中心金属原子」は、配位子（配位原子）と配位結合し得るいずれの金属イオンについても使用する用語である。また、本明細書において「配位子」は、錯体において中心金属原子と配位する原子、原子団、分子又はイオンのいずれについても使用する用語である。

また、本明細書において「多座」及び「多核」という場合は、特に言及しない限り、それぞれ「複座（二座）」及び「複核（二核）」を包含するものとする。

#### 【 0 0 0 7 】

本発明に係る架橋錯体を構成する上記第 2 多座配位子は、種々の金属原子と配位可能な原子を当該錯体中の中心金属原子と配位しない状態で有している。このため、かかる架橋錯体を潤滑主剤（主成分）として含む本発明の潤滑剤を、加工目的の金属材料や型（以下これらを総称して「金属加工材料等」という。）に添加した際には、当該金属加工材料等の表面部（典型的には金属酸化層）に存在する金属原子（典型的には酸化物の形態で存在する鉄イオン等の金属イオン）と本発明に係る架橋錯体とが上記配位可能な原子を介して配位結合し得る。

このことにより、本発明の潤滑剤では、金属加工材料等の表面部に対して脱脂処理、脱錆処理等の特段の前処理を行うことなく、潤滑効果を奏する主成分たる架橋錯体をその表面に容易に付着させることができる。しかも、かかる付着は、主として配位結合に基づく化学的な結合によるため、その付着力は強固である。

#### 【 0 0 0 8 】

而して、潤滑層として本発明に係る架橋錯体が表面に強固に付着した状態の金属加工材料等を、引抜きその他の塑性加工処理に供した際には、極圧条件下、トライボ反応等によって当該付着した架橋錯体が適当に分解され得る。その結果、潤滑効果を有する金属酸化物が、中心金属原子であった金属原子（イオン）とその周囲にある酸素原子とから生成される。かかる金属酸化物は特に軽加工（面積拡大比 $\alpha$ が比較的小さい塑性加工をいう。以下同じ。）時における潤滑に有効である。さらにこのとき、本発明の潤滑剤では、その主成分が架橋錯体であるため、金属加工材料等の単位表面積当りより多くの金属酸化物を生成することができ

る。中心金属原子が第 1 多座配位子によって二つ又は三つ以上架橋している結果、当該金属加工材料等の表面部に配位結合によって付着した錯体 1 分子当りから、その架橋度に応じてより多くの金属酸化物を生じさせ得るからである。

## 【 0 0 0 9 】

以上のように、本発明の潤滑剤によると、従来のリン酸皮膜のような下地となる化成皮膜の形成処理を行うことなく、潤滑効果を奏する主成分たる架橋錯体を金属加工材料等の表面部に配位結合によって強固に付着させることができる。さらに、かかる錯体の付着によって金属加工材料等の表面部に分子レベルの潤滑層を形成する処理が事実上完結する。また、金属架橋錯体を主体とする本発明の潤滑剤では、油脂成分（溶剤等）を多量に使用する必要がないため、作業環境の悪化を未然に防止することができる。

従って、本発明の潤滑剤によると、高コスト化を招く煩雑で長時間の処理工程（上記何回もの洗浄工程等）や後処理を行うことなく、簡便且つ迅速に金属加工材料等の表面部に良質な塑性加工用潤滑層を形成することができる。

## 【 0 0 1 0 】

本発明の潤滑剤として好ましい一つのものは、上記二以上の中心金属原子が、亜鉛、マンガン、鉄、モリブデン、錫、アンチモン及び銅から成る群から選択される少なくとも一種の金属イオンであることを特徴とする。

かかる構成の本発明の潤滑剤によると、塑性加工時の極圧下で特に軽加工時において潤滑作用の高い金属酸化物を効率よく形成することができる。従って、本構成の潤滑剤によると、より良質な潤滑層を金属加工材料等の表面に簡便且つ迅速に形成することができる。

## 【 0 0 1 1 】

本発明の潤滑剤として好ましい他の一つのものは、上記(2).に記載の多座配位子（即ち第 1 多座配位子）に含まれる配位原子の少なくとも一つは酸素であることを特徴とする。

かかる構成の潤滑剤によると、上述した極圧条件下のトライボ反応等によって架橋錯体が分解された際に、第 1 多座配位子に含まれる酸素原子と中心金属原子とから、潤滑効果を有する金属酸化物が容易に生成され得る。



## 【 0 0 1 2 】

また、上記構成の潤滑剤として特に好ましいものは、上記(2).に記載の多座配位子（即ち第1多座配位子）が、ヒドロキシル基、カルボキシル基又はカルボニル基由来（水素原子が一部カチオン置換されたものを包含する。）の酸素原子を配位原子として有する無機酸および有機酸ならびにそれらの塩から成る群から選択される多座配位子であることを特徴とする。

かかる構成の本発明の潤滑剤によると、塑性加工時の極圧下で潤滑作用の高い金属酸化物を容易に形成することができる。従って、本構成の潤滑剤によると、良質な潤滑層を金属加工材料等の表面に簡便且つ迅速に比較的多量に形成することができる。

## 【 0 0 1 3 】

また、本発明の潤滑剤として好ましい他の一つは、上記二以上の中心金属原子の少なくとも一つに、硫黄を配位原子として有する配位子が配位していることを特徴とする。

本構成の潤滑剤では、架橋錯体中に配位原子として硫黄を含有する結果、本構成の架橋錯体が表面に付着した金属加工材料等を種々の塑性加工処理に供した際には、極圧条件下、トライボ反応等によってイオウラジカルを生成する。このイオウラジカルは反応性に富んでおり、当該金属加工時において金属新生面と迅速に反応して優れた潤滑効果を有する金属硫化物（例えば硫化鉄）を生成する。さらに、このイオウラジカルは架橋錯体が分解することで生成される中心金属原子由来の金属イオンとも反応し、上記金属酸化物と同様又はそれ以上に良好な潤滑効果を有する金属硫化物を生成する。

従って、本構成の潤滑剤によると、重加工にも対応し得る良質な潤滑層を金属加工材料等の表面に簡便且つ迅速に形成することができる。

## 【 0 0 1 4 】

また、本発明の潤滑剤として好ましい他の一つは、上記(3).に記載の多座配位子（即ち第2多座配位子）が、上記金属原子へ配位可能な原子であって上記二以上の中心金属原子のいずれにも配位していない原子として酸素原子を有していることを特徴とする。

かかる構成の潤滑剤によると、金属加工材料等の表面部に当該潤滑剤を添加した際、上記酸素原子と当該金属加工材料等の表面部（典型的には金属酸化層）に存在する金属原子（典型的には金属酸化層において酸化物形態で存在する鉄イオン等の金属イオン）との間で比較的容易に配位結合が形成される。

従って、本構成の潤滑剤によると、架橋錯体起源のもののみならず金属加工材料等の表面部に存在する金属イオンをも利用して金属酸化物を比較的多量に被加工面に形成することができる。

【 0 0 1 5 】

また、上記構成の潤滑剤として特に好ましいものでは、上記第 2 多座配位子が、「配位原子となり得る酸素原子を含むヒドロキシル基、カルボキシル基又はカルボニル基」を有する「無機酸、有機酸、アミン系化合物及びそれらの誘導体並びにそれらの塩」から成る群から選択されるものであることを特徴とする。

かかる構成の潤滑剤では、上記酸素原子を含む基と金属材料表面（金属酸化層）に存在する金属原子との間の反応性が高く、これらの中で容易に配位結合が形成され得る。このため、簡便且つ迅速に金属加工材料等の表面部（被加工面）に金属酸化物を多量に形成することができる。

【 0 0 1 6 】

また、本発明は、上記各構成の潤滑剤に含まれるいずれかの潤滑主剤（即ち架橋錯体成分）を溶媒（典型的には水、アルコール等の低粘性溶媒）に溶解若しくは分散させて成る潤滑液（液状潤滑剤）を提供する。この潤滑液は、金属材料を塑性加工する際に好適に用いられる。すなわち、かかる潤滑液によると、金属加工材料等の表面に所望量の潤滑主剤（即ち上記架橋錯体）を塗布、浸漬等の手段によって容易に付着させることができる。

【 0 0 1 7 】

本発明の潤滑液として好ましい一つのは、さらに界面活性剤を含有することを特徴とする。この潤滑液によると、金属加工材料等の表面に所望量の潤滑剤を均等に付着させることが容易となる。

【 0 0 1 8 】

【発明の実施の形態】 以下、本発明の好適な実施形態を説明する。

本発明の潤滑剤は、上記架橋錯体（好適な具体例は後述する。）を潤滑主剤即ち主成分とすることで特徴付けられるものである。従って、金属加工材料等に適用された際に当該潤滑主剤が所望される作用効果を奏し得る限り、潤滑剤の物理的形態は特に限定されない。

典型的には、水または低粘性の有機溶媒中に当該架橋錯体及び必要に応じて後述するような種々の副成分を分散するか或いは溶解して調製した潤滑液即ち液状潤滑剤（好ましくは水系潤滑剤）として提供されるものであるが、この形態に限るものではなく、例えばペースト状、乳濁液状若しくは粉末状に調製された潤滑剤であってもよい。

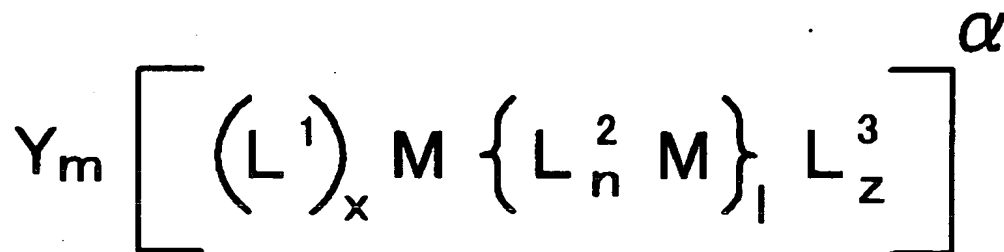
【 0 0 1 9 】

次に、本発明の潤滑剤の潤滑主剤（主成分）である、架橋錯体について詳細に説明する。

本発明に係る架橋錯体は、中心金属原子を二以上有する多核錯体であって、それら二以上の中心金属原子間には一又は二以上の多座配位子（第 1 多座配位子）が架橋されている。そして、それら中心金属原子の少なくとも一つには、金属原子へ配位可能な配位原子であって当該二以上の中心金属原子のいずれにも配位していない原子を一又は二以上有する多座配位子（第 2 多座配位子）が部分的に配位していることで特定される架橋錯体である。特に限定されるものではないが、かかる架橋錯体の一典型は以下の式（化 1）によって表すことができる。

【 0 0 2 0 】

【 化 1 】



## 【 0 0 2 1 】

ここで、(化1) 式中のMは全て等しいか若しくは相互に異なる金属であり、 $L^1$ は単座配位子又は多座配位子であり、 $x$ は1～4の整数であり、 $L^2$ は本明細書で定義する第1多座配位子であり、 $n$ は1～4の整数(典型的には1)であり、 $L^3$ は本明細書で定義する第2多座配位子であり、 $z$ は1～4の整数であり、 $l$ (エル)は好ましくは1～9の整数を示す。 $\alpha$ はこれら金属と配位子の電荷の合計を示す錯体の価数である。なお、かかる架橋錯体を含む潤滑液中には、適当な対イオン( $Y_m$ :  $m$ はYのイオン価数と $\alpha$ に応じて決定される整数)が含まれ得る。

## 【 0 0 2 2 】

本発明に係る架橋錯体(上記式(化1)に合致するものに限られない)の中心金属原子は亜鉛、マンガン、鉄、モリブデン、錫、アンチモン及び銅のうちのいずれかの金属イオンであることが好ましい。特に、かかる中心金属原子として亜鉛(イオン)を含むものが好適である。金属加工材料等の被加工面に生成された亜鉛の酸化物や硫化物は特に優れた潤滑性能を発揮するからである。

なお、架橋錯体中に含まれる中心金属原子の数(即ち当該架橋錯体中の核数)には特に制限はないが、典型的には二核～十核であり、錯体分子の安定性等の観点からは好ましくは二核、三核又は四核である。なお、中心金属原子がとり得る配位数(配位座)は特に制限されるものではなく、金属原子の種類や他の配位子との関係において決定される。

## 【 0 0 2 3 】

次に、本発明に係る架橋錯体(上記式(化1)に合致するものに限られない)を構成する第1多座配位子について説明する。第1多座配位子は、少なくとも二つの中心金属原子の各々に配位してそれら金属原子間を橋渡すことができるものであればよい。そのような配位子としては、錯体中において酸素及び／又は窒素を配位原子とするものが好ましい。錯体中において一又は二以上の酸素を配位原子とするものが特に好ましい。かかる第1多座配位子としては、ポリリン酸(例えば、二リン酸、三リン酸、四リン酸、五リン酸等の鎖状ポリリン酸、三メタリン酸、四メタリン酸等の環状ポリメタリン酸)、ケト型又はエノール型のオキサ

ロ酢酸、ケト型又はエノール型のオキサロコハク酸、ヒドロキシ酸（クエン酸、酒石酸、リンゴ酸等）、グルコン酸、シュウ酸等の有機酸や無機酸及びそれらの誘導体（例えばシュウ酸モノアミド、シュウ酸ジアミドのようなシュウ酸誘導体）並びにそれらの塩が挙げられる。

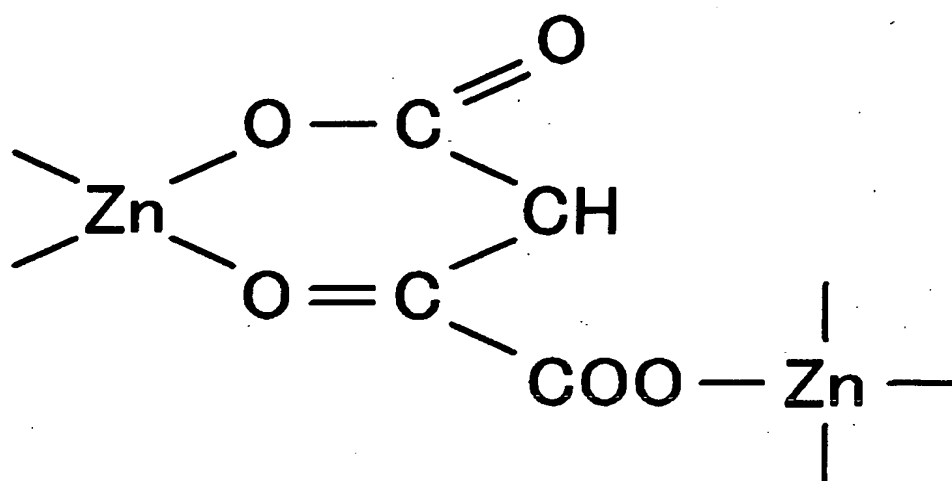
## 【 0 0 2 4 】

かかる第 1 多座配位子及びその配位構造として典型的なものを以下の構造式で表す。すなわち、本明細書において（化 2）として示す構造式はケト型オキサロ酢酸の配位構造の一例である。（化 3）として示す構造式はケト型オキサロコハク酸の配位構造の一例である。（化 4）として示す構造式はクエン酸の配位構造の一例である。（化 5）として示す構造式は酒石酸の配位構造の一例である。（化 6）として示す構造式はリンゴ酸の配位構造の一例である。（化 7）として示す構造式はシュウ酸の配位構造の一例である。（化 8）として示す構造式はシュウ酸モノアミドの配位構造の一例である。（化 9）として示す構造式はシュウ酸ジアミドの配位構造の一例である。（化 10）として示す構造式はポリリン酸の配位構造の一例である（式中の  $n$  は好ましくは 0 ～ 3 の整数である。）。

なお、ここに列挙した各構造式においては、上記多座配位子とともに中心金属原子として亜鉛（配位数 4）を適宜表示しているが、このこと自体は典型的な配位構造の例示にすぎず、中心金属原子の種類及び当該中心原子の配位数を限定するものではない。

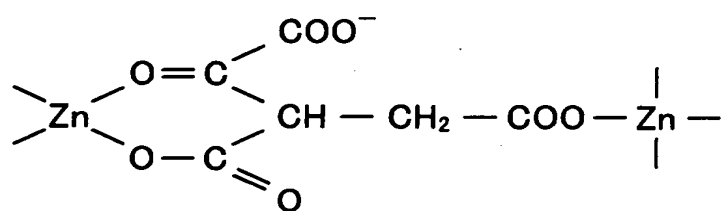
## 【 0 0 2 5 】

【化 2】



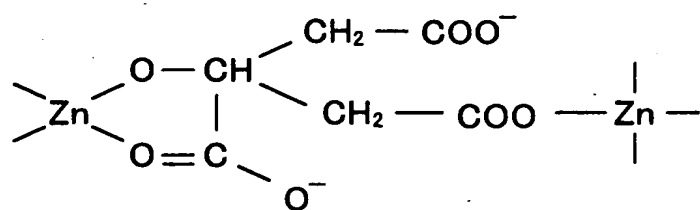
【0026】

【化 3】



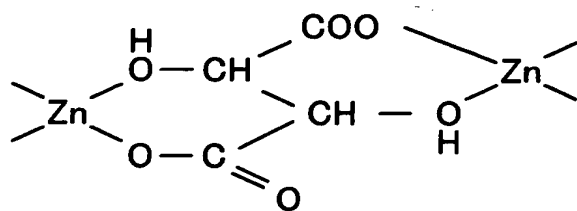
【0027】

【化 4】



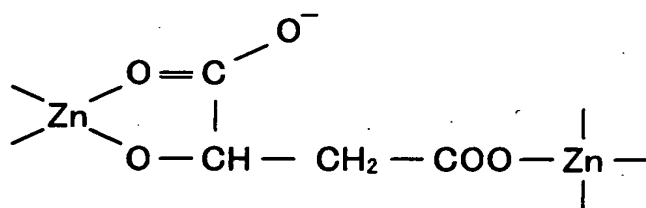
【0028】

【化 5】



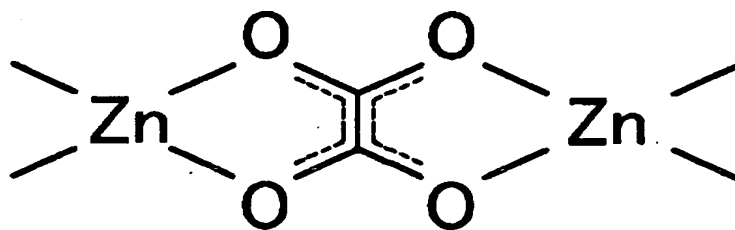
【0 0 2 9】

【化 6】



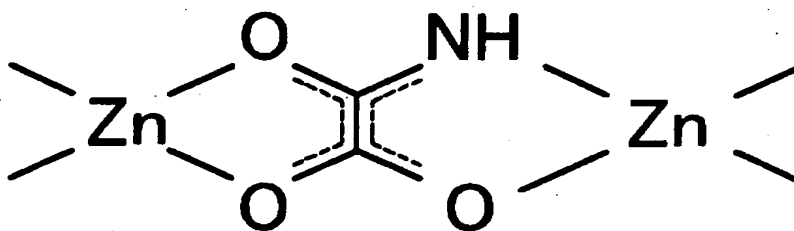
【0 0 3 0】

【化 7】



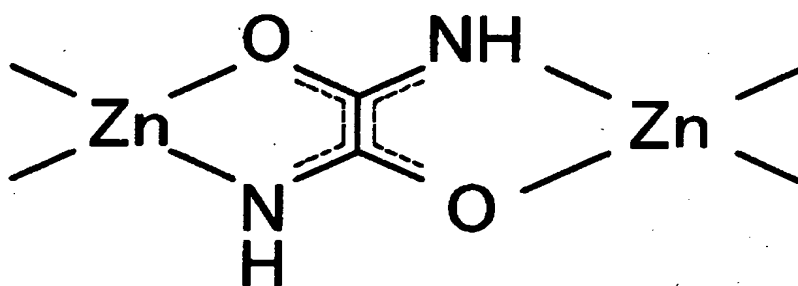
【0 0 3 1】

【化 8】



【 0 0 3 2 】

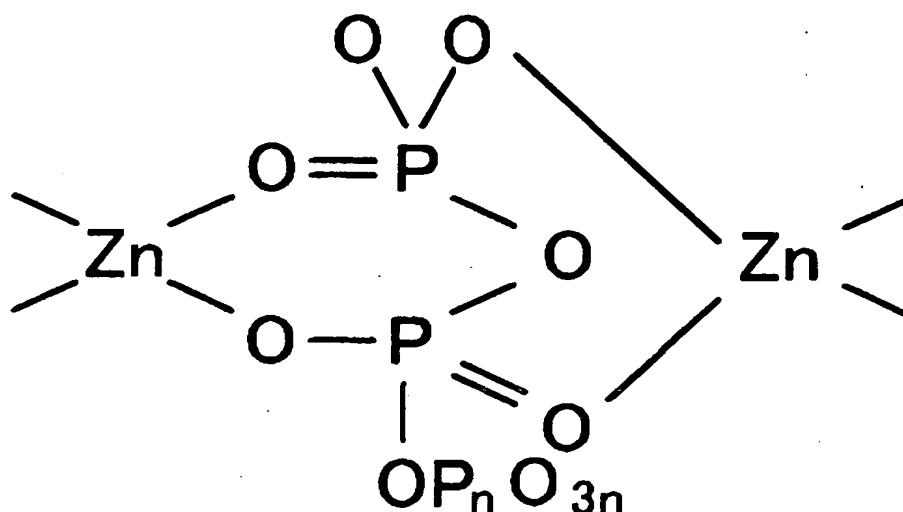
【化 9】



【 0 0 3 3 】



【化 1 0】



【0 0 3 4】

次に、本発明に係る架橋錯体（上記式（化 1）に合致するものに限られない）を構成する第 2 多座配位子について説明する。第 2 多座配位子は、本発明に係る架橋錯体を金属加工材料等の表面部に化学的に付着させることを司る部分であり、少なくとも二つの配位可能な原子（配位原子）を有する多座配位子であるとともに、当該架橋錯体（金属加工材料等に適用する前のもの）において当該複数の配位原子のうちの一つ以上が中心金属原子のいずれにも配位していないことで特徴付けられる配位子である。従って、架橋錯体を調製した際にかかる状態をとり得る物質であれば分子構造上の制限を要しない。そのような配位子となり得る物質としては、鋼材その他の金属加工材料等の表面（典型的には金属酸化層）に存在する金属イオン（鉄イオン等）と容易に配位結合し得る配位原子として酸素原子を有するものが好ましい。金属加工材料等の表面部の金属イオンと容易に反応して配位結合を形成し得る酸素原子を含む官能基（例えばヒドロキシル基、カルボキシル基、カルボニル基）を有する種々のカルボン酸、アミン系化合物（アミン誘導体）、リン酸およびシュウ酸、並びにそれらの塩（例えばポリカルボン酸の少なくとも一部のカルボキシル基の水素がアルカリ金属等のカチオンに置換されたカルボン酸塩）等が、第 2 多座配位子として特に好適である。

なお、第 2 多座配位子がリン酸又はシュウ酸である場合には、それぞれ、上記

第1多座配位子をポリリン酸又はシュウ酸とすることが、所望する配位構造を容易に形成させ得るという観点から好ましい。

【0035】

かかる第2多座配位子のいくつかの典型例を以下の化学式で表す。すなわち、本明細書において（化11）として示す構造式はポリアクリル酸塩の一例（ナトリウム塩）である。ここで式中の $n$ は好適には2～200の整数である。

また、（化12）として示す構造式はアルカノールアミンの一例である。ここで式中の $R$ は $C_6H_{11}$ 又は $C_nH_{2n+1}$ （ $n$ は1～10の整数）であり、 $R'$ は水素又はメチル基である。

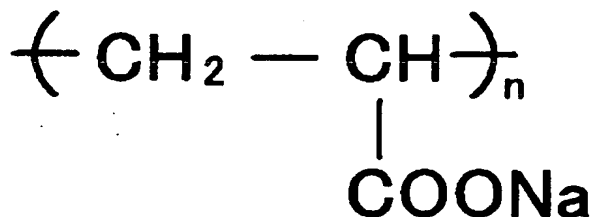
また、（化13）として示す構造式はアルカノールアミンの別の例である。ここで式中の $R$ は水素又はメチル基であり、 $n$ は0～8の整数である。

また、（化14）として示す化学式はリン酸塩の一例である。ここで式中の $M$ は1価の金属であり、 $n$ は1～4の整数である。

また、（化15）として示す化学式はシュウ酸塩の一例である。ここで式中の $M$ は1価の金属である。

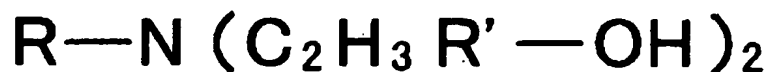
【0036】

【化11】



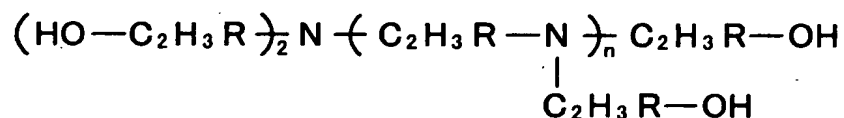
【0037】

【化 1 2】



【0 0 3 8】

【化 1 3】



【0 0 3 9】

【化 1 4】



【0 0 4 0】

【化 1 5】



【0 0 4 1】

次に、本発明に係る架橋錯体（上記式（化 1）に合致するものに限られない）に含まれる他の好適な配位子について説明する。

本発明の目的を達成し得る架橋錯体が構成される限り、錯体分子中に上述した第 1 多座配位子及び第 2 多座配位子以外の配位子を含んでいてもよい。例えば、

中心金属原子のいずれかに上記第 1 多座配位子や第 2 多座配位子とは異なる配位子（典型的にはアクア等の単座配位子）が別個独立に配位してもよい。例えば、中心金属原子が配位数 6 の鉄イオン等である場合に、そのうちの 4 つの配位座に上記第 1 多座配位子或いは第 2 多座配位子が配位しており、残りの 2 つの配位座に他の単座配位子や二座配位子が配位していてもよい。同様に、中心金属原子が配位数 4 の亜鉛イオン等である場合に、そのうちの 2 つの配位座に上記第 1 多座配位子或いは第 2 多座配位子が配位しており、残りの 2 つの配位座に他の単座配位子や二座配位子が配位していてもよい。かかる付加的な配位子としては、上述の理由により、硫黄を配位原子として有する配位子が特に好ましい。

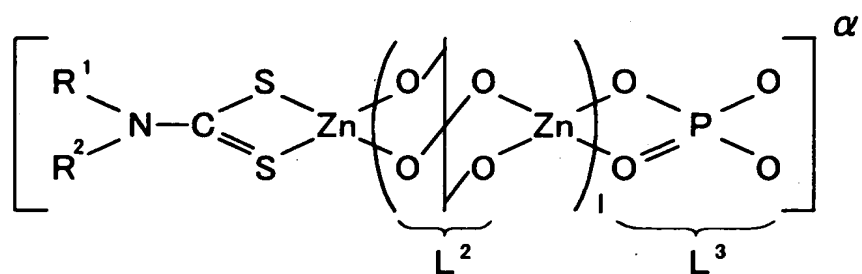
## 【 0 0 4 2 】

以下、かかる付加的な配位子の例示として、上述の（化 1）式に示す架橋錯体の  $L^1$  に相当する単座若しくは二座配位子の好適例を、構造式（化 1 6 ～ 化 2 8）で示す。なお、式中の  $n$  は 1 ～ 1 0 の整数であり、 $R$ 、 $R^1$  及び  $R^2$  はそれぞれ独立して炭素数 1 ～ 1 2 のアルキル基、アルケニル基、アシル基又はアリール基である。

なお、ここに列挙した各構造式においては、上記  $L^1$  に相当する配位子とともに、中心金属原子として亜鉛イオン（配位数 4）、 $L^2$ （化 1 6 式中にその部分が模式的に表示してある。以下の化学構造式についても同様。）に相当する第 1 多座配位子として三リン酸イオン、並びに  $L^3$ （化 1 6 式中にその部分が模式的に表示してある。以下の化学構造式についても同様。）に相当する第 2 多座配位子としてリン酸イオン（一部のものはアクアを伴う）を適宜表示しているが、これらは本発明に係る架橋錯体の典型的な配位構造を例示したものにすぎず、中心金属原子の種類及びその配位数（配位座）ならびに第 1 及び第 2 多座配位子の選択・組合わせを限定するものではない。

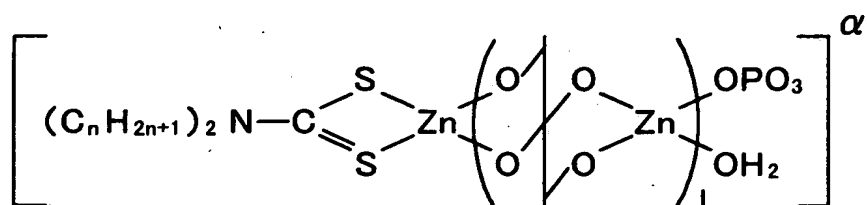
## 【 0 0 4 3 】

【化 16】



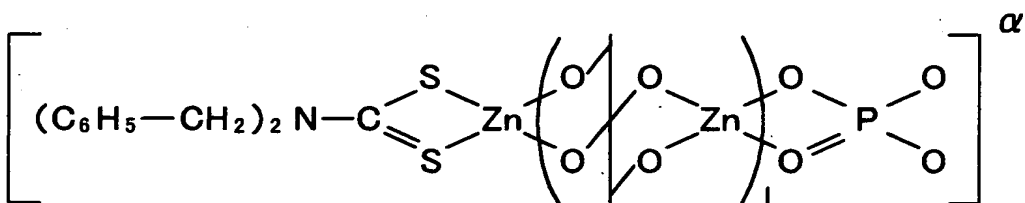
【0044】

【化 17】



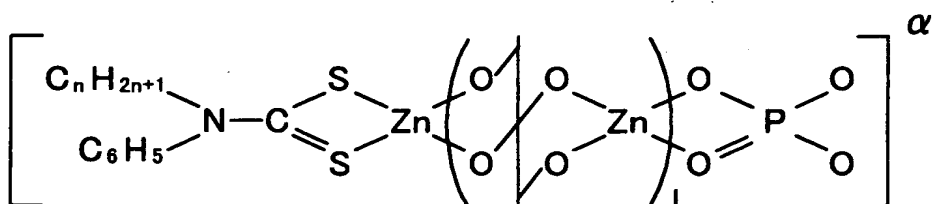
【0045】

【化 18】



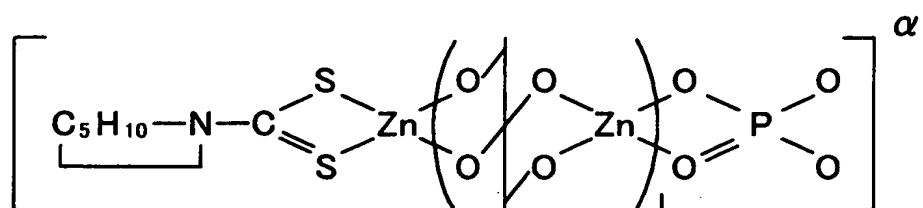
【0046】

【化 19】



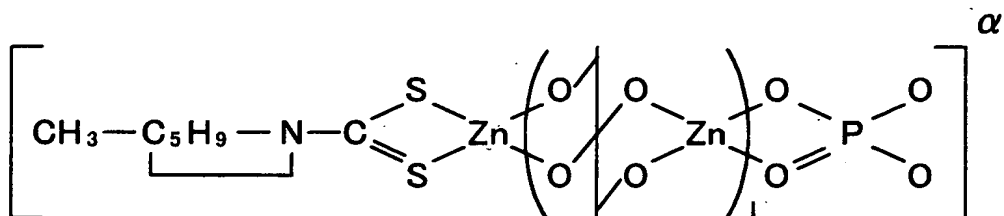
【0047】

【化 20】



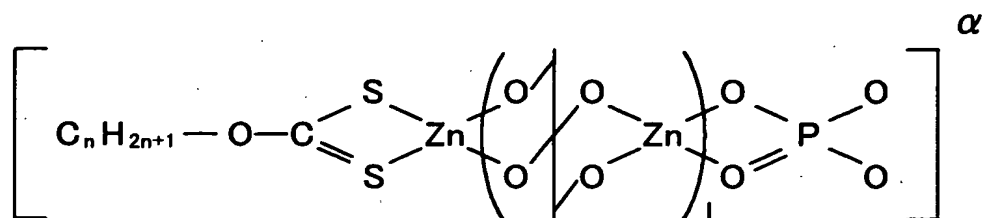
【0048】

【化 21】



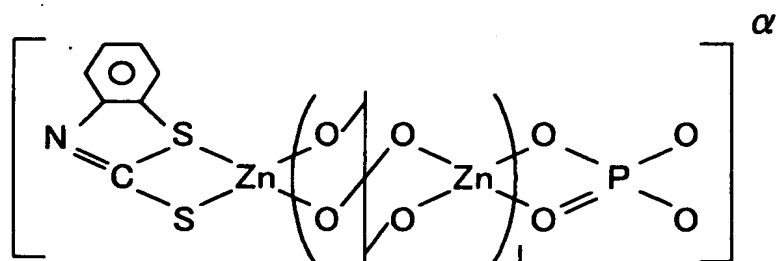
【0049】

【化 22】



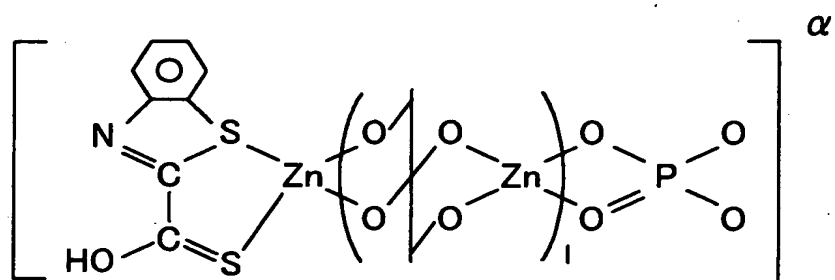
【0050】

【化 23】



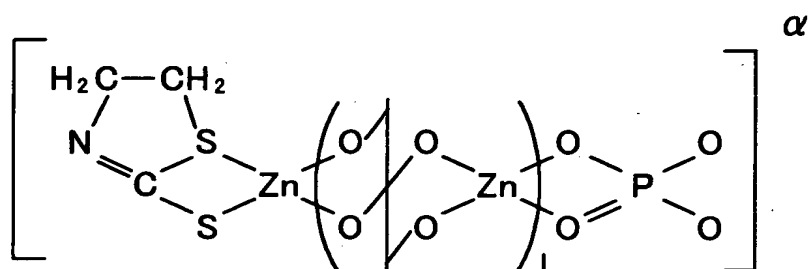
【0051】

【化 2 4】



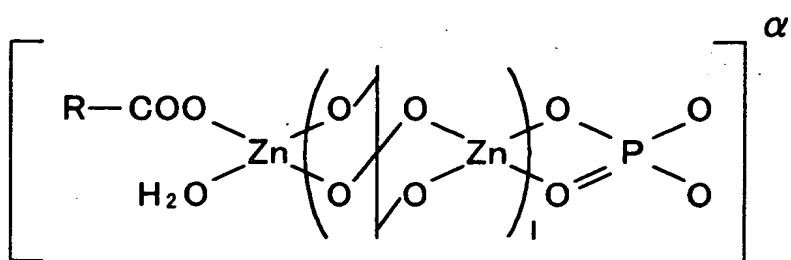
【 0 0 5 2】

【化 2 5】



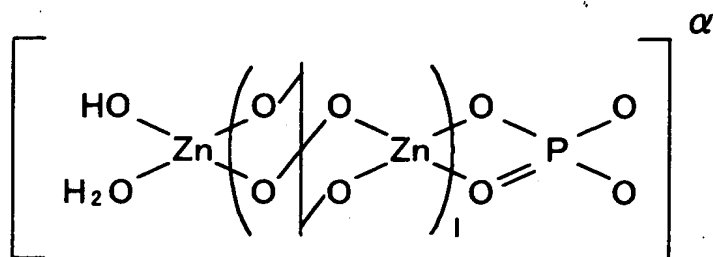
【 0 0 5 3】

【化 2 6】



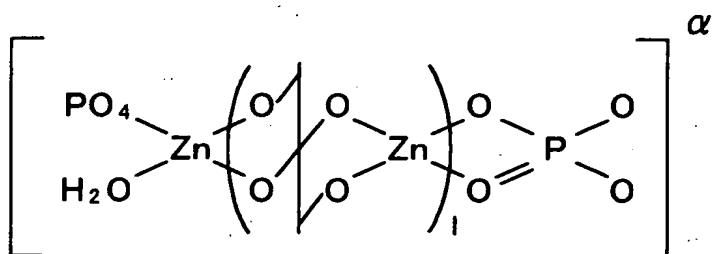
【 0 0 5 4】

【化 2 7】



【0 0 5 5】

【化 2 8】



【0 0 5 6】

次に、本発明に係る潤滑剤の製造について説明する。本発明の潤滑剤は、主成分（潤滑主剤）たる上記架橋錯体を調製し、得られた錯体に必要に応じて種々の副成分（アニオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、酸化防止剤、粘度調整剤、pH調整剤、防腐剤、消泡剤、顔料、香料等）や溶媒を適宜添加することによって容易に製造することができる。

例えば、好適なアニオン性界面活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルエーテル硫酸塩、アルキル硫酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩、飽和または不飽和脂肪酸塩、アルキル又はアルケニルエーテルカルボン酸塩、アミノ酸型界面活性剤、N-アシルアミノ酸型界面活性剤、アルキルまたはアルケニルリン酸エステルまたはその塩等が挙げられる。

また、好適なノニオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェノレート、ソルビタン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレンアルキル、アルケニルエーテル、高級脂肪酸アルカノールアミド、アルキルグリコシド、アルキルアミノオキシ



ド等が挙げられる。

以下、潤滑主剤たる架橋錯体の調製について詳細に説明する。

#### 【0057】

本発明に係る架橋錯体は、上述の第1多座配位子、第2多座配位子（但し第1及び第2多座配位子は同一物であり得る。）、その他の配位子（典型的には上記 $L^1$ 配位子として例示したもの）および中心金属原子となる金属イオンが適当なモル比となるように、これら物質（又はこれら物質を生成又は解離し得る塩等の化合物）を混合するとともに適当な錯体生成手段を講じることによって調製することができる。

#### 【0058】

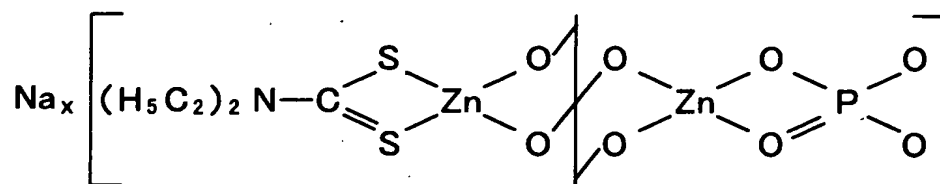
例えば、亜鉛その他の金属イオンを含む塩（即ち中心金属原子を供給する化合物）をリン酸、ポリリン酸、シュウ酸、ポリアクリル酸等の無機酸や有機酸のアルカリ金属塩（即ち第1、第2多座配位子を供給する化合物）から成る水溶液中に添加し、所定時間攪拌する。

次いで、かかる攪拌液中に、第1および第2多座配位子とは異なる他の配位子を供給する化合物、例えば上記 $L^1$ に相当する単座配位子又は二座配位子を生じさせ得る化合物（好ましくは上記（化16）式等に表示されるアルキル化ジチオカルバミン酸のアルカリ金属塩のような「配位原子として硫黄を含む配位子」を生じさせ得る化合物）を添加することによって、上記（化1）式に示すような架橋錯体を容易に生成（典型的には溶液中からの結晶析出）することができる。

このとき、中心金属原子の供給化合物ならびに第1多座配位子（或いは第1及び第2多座配位子）の供給化合物の合計量（モル）に対する、第1及び第2多座配位子とは異なる他の配位子の供給化合物の添加量（モル）を適宜増減することによって、生成される架橋錯体の中心金属原子の数（核数）を調整・制御することができる。

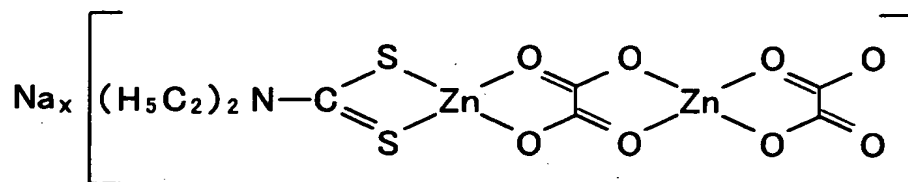
#### 【0059】

【化 29】



【0060】

【化 30】

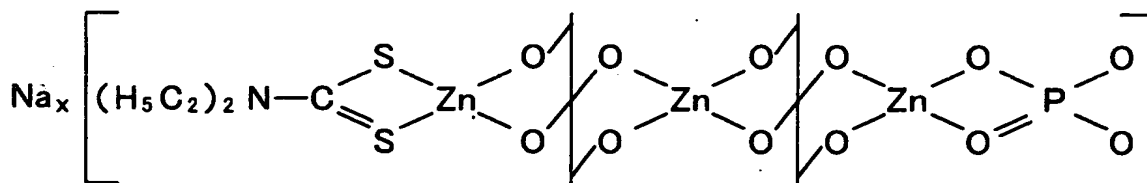


【0061】

例えば、所定のモル比で、三リン酸ナトリウム、リン酸水素二ナトリウム及び硫酸亜鉛の混合物（B）やシュウ酸ナトリウム及び硫酸亜鉛の混合物（B'）にジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム（A）を添加したとき、上記（化 29）式や（化 30）式に示す二核錯体のナトリウム塩（式中の x は pH に依存する）が生成・析出する（後述の実施例参照）。ここで、上記（A）の（B）や（B'）に対する添加量（モル比）を減少させる（例えば上記所定モル比の 1/2 程度）ことによって、中心金属原子の第 1 多座配位子を介する連鎖傾向を増大し得、結果、（化 31）式や（化 32）式に示す三核錯体のナトリウム塩（式中の x は pH に依存する）を生成・析出させることができる。

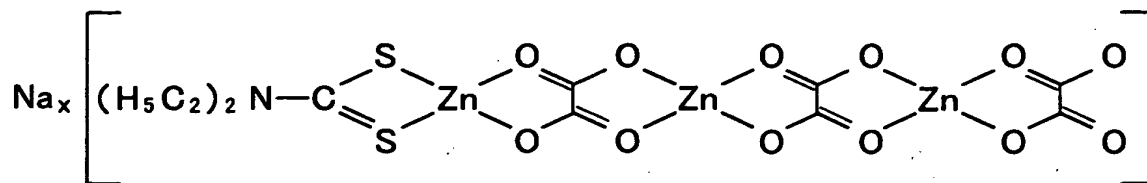
【0062】

【化 31】



【 0 0 6 3 】

【 化 3 2 】



【 0 0 6 4 】

また、上記（A）の（B）や（B'）に対する添加量（モル比）をさらに減少させる（例えば上記所定モル比の 1 / 3、1 / 4 程度）ことによって、四核又は五核以上の架橋錯体を製造することができる。

なお、本発明の潤滑剤を調製するにあたって、それに含まれる架橋錯体の核数を統一・限定する必要はない。従って、所望する作用効果を奏する限りにおいて、一つの潤滑剤に核数の異なる何種類かの架橋錯体が混在していても何ら不都合はない。換言すれば、本発明に係る架橋錯体の生成過程において、純粹に同核数の架橋錯体のみが生成する厳格な条件を設定する必要はなく、例えば生成する錯体の約 6 0 % が二核であり約 4 0 % が三核又は四核以上の錯体となるような条件でも一向に構わない。

【 0 0 6 5 】

なお、生成された架橋錯体が疎水性の場合、pH 8. 0 ~ 1 3. 0 程度としてアニオン性または非イオン性界面活性剤を添加することによって、安定的に水中に分散させることができる。あるいは、析出した架橋錯体を微粉化することによって物理的に分散（懸濁）させてもよい。このように処理することによって、油類（有機溶媒）を実質的に全く使用することなく、当該疎水性架橋錯体を含む液状（水系）潤滑剤を得ることができる。

【 0 0 6 6 】

次に、本発明の潤滑剤の使用態様について説明する。上述のとおり、本発明の潤滑剤では、煩雑なリン酸皮膜形成処理を行うことなく潤滑主剤たる架橋錯体を金属加工材料等の表面部に化学結合によって強固に付着させることができる。すなわち、当該架橋錯体から成る高密着性潤滑層（皮膜）を当該表面部に迅速に形

成することができる。従って、本発明の潤滑剤を使用すると、従来のリン酸皮膜処理を伴う場合と比較して、塑性加工前の潤滑処理（塑性加工用化成処理）に要する手間や時間を大幅に低減させることができる。

典型的には、本発明の潤滑剤は、適当な溶媒（水系のものが好ましい）中に溶解又は分散した状態或いは粉末状態のまま、金属加工材料等の表面部に直接塗布することができる。塗布手段には特に制限はなく、一般的なディッピング、はけ塗り、スプレー塗布等の方法を採用することができる。例えば、適当量の架橋錯体及び必要に応じて種々の副成分（アニオン性又は非イオン性界面活性剤を添加することが好ましい。）を含む液状潤滑剤（潤滑液）中に、ショットブラスト等によって錆肌清掃された金属加工材料を、特別な前処理を施すことなくそのまま浸漬（ディッピング）することによって、極めて短時間（典型的には1～2分）に当該材料表面部に結合した架橋錯体から成る潤滑層を形成することができる。

こうして潤滑層の形成された金属加工材料等は、好ましくは乾燥後、直ちに型打ちプレス等の冷間塑性加工に供することができる。他方、浸漬処理に使用した潤滑液は適宜潤滑主剤等を補給することによって何度でも利用可能であり、廃液が発生しない。このため、環境汚染の問題が生じない。また、大量の油（有機溶媒）を使用する必要がないため、従来の加工油系潤滑剤を使用する場合のような作業環境の油汚染（油の付着やオイルミストの発生）の心配がない。

【0067】

【実施例】 本発明を以下の実施例によりさらに詳細に説明する。本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

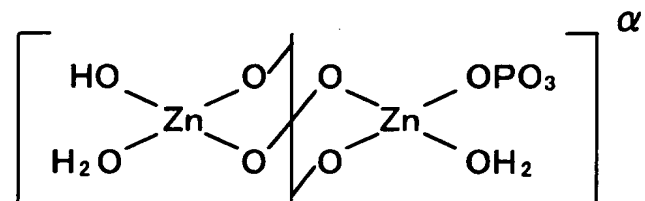
【0068】

<実施例1： $\mu$ -三リン酸・オルソリン酸・ジエチルジチオカルバミン酸二亜鉛酸ナトリウムの合成>

三リン酸ナトリウム36.8gとリン酸水素二ナトリウム（12水和物）35.8gとの混合水溶液中に、攪拌した状態で硫酸亜鉛（7水和物）57.4gを含む水溶液を添加した。これにより、以下の（化33）式及び（化34）式に示す架橋錯体の結晶性沈澱が析出した。なお、この懸濁液はそのまま水系潤滑剤として軽加工用に使用することができる。

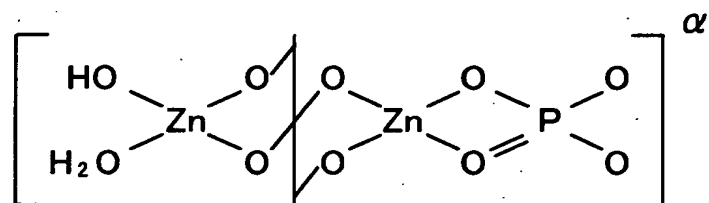
【0069】

【化33】



【0070】

【化34】

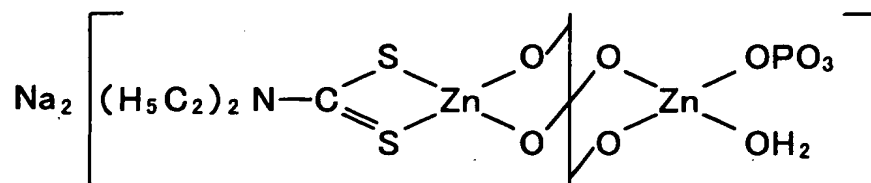


【0071】

次いで、この懸濁液中に、攪拌した状態でジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム（3水和物）22.5gを含む水溶液を滴下した。所定時間の攪拌後、生じた結晶性沈澱を口取（濾過）することによって、以下の（化35）式及び（化36）式に示す構造の無色微細結晶（架橋錯体）を得た。

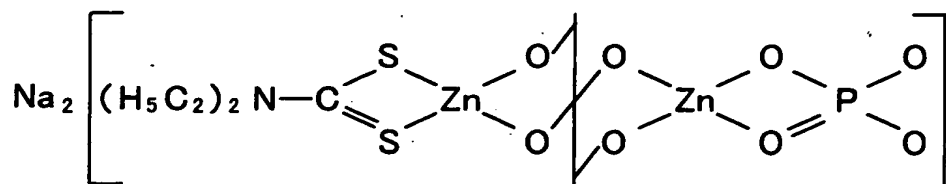
【0072】

【化35】



【0073】

【化 3 6】



【0074】

得られた結晶の一部を110℃で吸引乾燥し、結晶水、付着水等を除去した。次いで、当該乾燥結晶をキレート滴定（EDTA、エリオクロムブラックTを使用した。）に供した。その結果、得られた結晶の亜鉛比率（Zn%）のキレート滴定に基づく分析値（実測値）は19.11%であった。これは、 $\text{Na}_2 [\text{Zn}_2 (\text{C}_5\text{H}_{10}\text{S}_2\text{N}) (\text{H}_3\text{P}_3\text{O}_{10}) (\text{PO}_4)]$  としての計算値：19.35%を満足させる（相対誤差3%以下）。

また、かかる結晶を赤外線吸収分光法に基づいて構造解析した。得られた赤外線吸収スペクトルを図1に示す。かかる赤外線吸収スペクトルにおいて、ジアルキルジチオカルバミン酸イオンやキサントゲン酸イオンに含まれる-CSS基を示す非対称伸縮振動 $\sim 1616\text{ cm}^{-1}$ ～が、 $\sim 1500\text{ cm}^{-1}$ ～にレッドシフトすることを確認した。このことは、かかる特性基（原子団）を含むジアルキルジチオカルバミン酸イオンが配位子として金属（亜鉛）イオンにキレート配位していることを示すものである。また、二リン酸、三リン酸及び四リン酸の各イオンを示す固有の特性吸収帯 $\sim 1150\text{ cm}^{-1}$ ～及び $\sim 900\text{ cm}^{-1}$ ～が本実施例では架橋配位子として亜鉛イオンに配位していることを示す特有の分裂吸収帯として観察された。従って、かかる赤外線吸収スペクトル及びキレート滴定の結果からも、本実施例で得られた結晶が上記（化35）式及び（化36）式に示す構造の架橋錯体であることが確かめられた。

【0075】

次いで、ステアリン酸ナトリウム30gと非イオン性界面活性剤（ポリオキシエチレンアルキルエーテル）20gとの混合液に、かかる単離した架橋錯体から成る無色結晶を添加し、全量を水で1リットルとした。これにより、本実施例に

係る水系潤滑剤を得た。

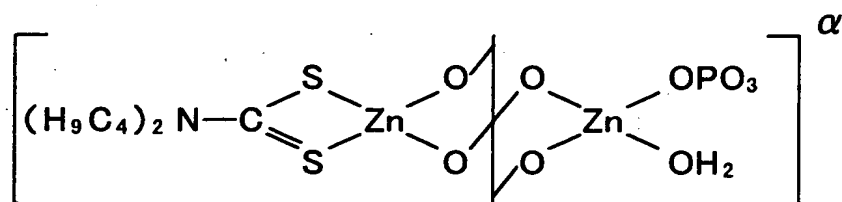
【0076】

＜実施例2：μ-三リン酸・オルソリン酸・ジブチルジチオカルバミン酸二亜鉛の合成＞

三リン酸ナトリウム36.8gとリン酸水素二ナトリウム（12水和物）35.8gとの混合水溶液中に、攪拌した状態で硫酸亜鉛（7水和物）57.4gを含む水溶液を添加した。これにより、上記（化33）式及び（化34）式に示す架橋錯体の結晶性沈澱が析出した。次いで、この懸濁液中に、攪拌した状態でジブチルジチオカルバミン酸ナトリウム22.7gを含む水溶液を注入した。所定時間の攪拌後、生じた結晶性沈澱を口取（濾過）することによって、以下の（化37）式及び（化38）式に示す構造の無色微細結晶（架橋錯体）を得た。

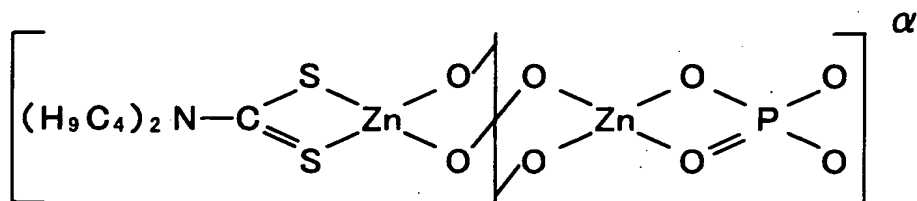
【0077】

【化37】



【0078】

【化38】



【0079】

実施例1と同様のキレート滴定を行ったところ、得られた結晶の亜鉛比率（Zn%）の当該キレート滴定に基づく分析値（実測値）は19.45%であった。これは、 $[\text{Zn}_2(\text{C}_9\text{H}_{18}\text{S}_2\text{N})(\text{H}_3\text{P}_3\text{O}_{10})(\text{H}_2\text{PO}_4)]$ と

しての計算値：19.00%を満足させる（相対誤差3%以下）。また、実施例1と同様に赤外線吸収分光法に基づいて構造解析したところ、得られた赤外線吸収スペクトル（図示せず）から本実施例で得られた結晶が上記（化37）式及び（化38）式に示す構造の架橋錯体であることが確かめられた。

次いで、ステアリン酸ナトリウム30gと非イオン性界面活性剤（ポリオキシエチレンアルキルエーテル）20gとの混合液に、かかる単離した架橋錯体から成る無色結晶を添加し、全量を水で1リットルとした。これにより、本実施例に係る水系潤滑剤を得た。

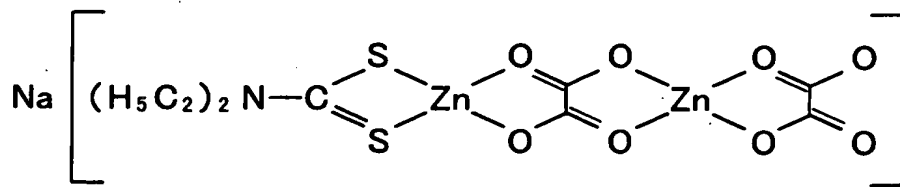
【0080】

<実施例3： $\mu$ -シュウ酸・ジエチルジチオカルバミン酸・シュウ酸・二亜鉛酸ナトリウムの合成>

シュウ酸ナトリウム26.8gの水溶液中に、攪拌した状態で硫酸亜鉛（7水和物）57.4gを含む水溶液を添加した。次いで、この溶液中に、攪拌した状態でジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム（3水和物）22.5gを含む水溶液を添加した。所定時間の攪拌後、溶媒を蒸発させる（或いは生じた結晶性沈澱を口取（濾過）する）ことによって、以下の（化39）式に示す構造の無色微細結晶（架橋錯体）を得た。

【0081】

【化39】



【0082】

実施例1と同様のキレート滴定を行ったところ、得られた結晶の亜鉛比率（Zn%）の当該キレート滴定に基づく分析値（実測値）は27.45%であった。これは、 $\text{Na} [\text{Zn}_2 (\text{C}_5\text{H}_{10}\text{S}_2\text{N}) (\text{C}_2\text{O}_4)_2]$ としての計算値：27.29%を満足させる（相対誤差3%以下）。また、実施例1と同様に赤外



線吸収分光法に基づいて構造解析したところ、得られた赤外線吸収スペクトル（図示せず）から本実施例で得られた結晶が上記（化 3 9）式に示す構造の架橋錯体であることが確かめられた。

次いで、ステアリン酸ナトリウム 3 0 g と非イオン性界面活性剤（ポリオキシエチレンアルキルエーテル） 2 0 g との混合液に、かかる単離した架橋錯体から成る無色結晶を添加し、全量を水で 1 リットルとした。これにより、本実施例に係る水系潤滑剤を得た。

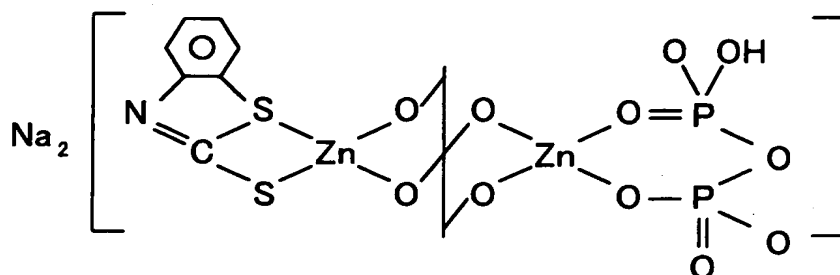
【 0 0 8 3 】

< 実施例 4 :  $\mu$ -三リン酸・ニリン酸・2-メルカプトベンゾチアゾール・二亜鉛酸ナトリウムの合成 >

三リン酸ナトリウム 3 6 . 8 g の水溶液中に、攪拌した状態で硫酸亜鉛（7 水和物） 5 7 . 4 g を含む水溶液を注入した。次いで、この溶液中に、攪拌した状態でニリン酸ナトリウム（1 2 水和物） 4 4 . 6 g を含む水溶液を注入した。これによって、 $\mu$ -三リン酸・ヒドロキソ・アクア・ニリン酸・二亜鉛の微細結晶が析出した。次いで、この懸濁液中に、攪拌した状態で 2-メルカプトベンゾチアゾールナトリウム 2 0 . 7 g を含む水溶液を添加した。所定時間の攪拌後、生じた結晶性沈澱を口取（濾過）することによって、以下の（化 4 0）式に示す構造の無色微細結晶（架橋錯体）を得た。

【 0 0 8 4 】

【 化 4 0 】



【 0 0 8 5 】

実施例 1 と同様のキレート滴定を行ったところ、得られた結晶の亜鉛比率（Zn %）の当該キレート滴定に基づく分析値（実測値）は 1 7 . 0 2 % であった。

これは、 $\text{Na}_2 [\text{Zn}_2 (\text{C}_7\text{H}_4\text{S}_2\text{N}) (\text{H}_3\text{P}_3\text{O}_{10}) (\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7)]$  としての計算値：16.89%を満足させる（相対誤差3%以下）。また、実施例1と同様に赤外線吸収分光法に基づいて構造解析したところ、得られた赤外線吸収スペクトル（図示せず）から本実施例で得られた結晶が上記（化40）式に示す構造の架橋錯体であることが確かめられた。

次いで、ステアリン酸ナトリウム30gと非イオン性界面活性剤（ポリオキシエチレンアルキルエーテル）20gとの混合液に、かかる単離した架橋錯体から成る無色結晶を添加し、全量を水で1リットルとした。これにより、本実施例に係る水系潤滑剤を得た。

【0086】

#### <実施例5：潤滑性能の評価（1）>

上記実施例で製造した水系潤滑剤の潤滑性能を一般的な後方穿孔試験に基づいて評価した。以下、順を追って詳細に説明する。

まず、本実施例ではJISによるS10C鋼から直径30mm×高さ12～24mmの円柱形状の試験片を作製した。他方、この試験片の断面減少率50%を実現する直径21.21mmのパンチ（材質：SKH-51、先端角度：4°、ランド：4mm）を用意した。

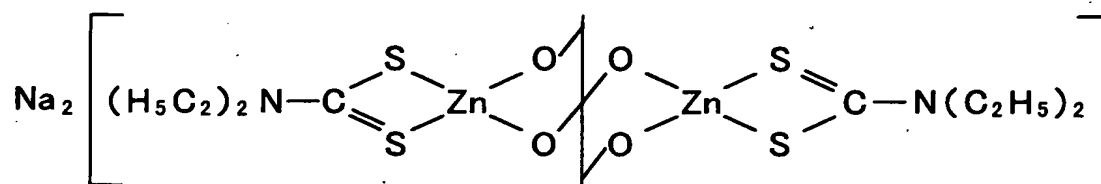
次いで、上記試験片の表面およびパンチの表面に、実施例1に係る水系潤滑剤（潤滑液）を塗布し、上記架橋錯体から成る潤滑層を形成した。すなわち、ショットブラスト処理された試験片およびパンチの表面に、塗布量（付着量）が概ね $8 \sim 12 \text{ g/m}^2$ となるように上述の実施例1で調製した水系潤滑剤をディッピングによって塗布した。乾燥後、後述の後方穿孔試験に供した。かかる塗布・乾燥処理時間は約1～2分で終了した。

【0087】

なお、本実施例に対する比較例1として、本発明の水系潤滑剤に代えて以下の（化41）式に示す架橋錯体を含む水系潤滑剤を同一の条件で塗布した試験片およびパンチを作製し、同様の後方穿孔試験に供した。なお、この比較例1に係る試験片およびパンチの形状や作製手順は、塗布された潤滑剤が異なる以外、本実施例に係る試験片およびパンチに関するものと同じである。

【 0 0 8 8 】

【 化 4 1 】



【 0 0 8 9 】

さらに、別の比較例（比較例 2）として、本実施例に係る水系潤滑剤の塗布・乾燥処理に代えて、従来の化成皮膜処理を施した試験片およびパンチを作製し、同様の後方穿孔試験に供した。すなわち、ショットブラスト処理された試験片およびパンチの表面を、従来周知の方法に基づいて湯洗、酸洗、中和等の処理を行いつつ当該表面にリン酸皮膜を形成し更にその上に金属石鹸皮膜を形成した。かかる潤滑皮膜形成処理に約 30 分を要した。なお、この比較例 2 に係る試験片およびパンチの形状や作製手順は、潤滑皮膜形成処理が異なる以外、本実施例に係る試験片およびパンチと同じである。

【 0 0 9 0 】

而して、本実施例および各比較例に係る試験片を、各々対応するパンチおよび所定のプレス（600 トンクランクプレス）を用いて塑性加工した。

すなわち、金型（25℃）に外周部を拘束された状態でセットされた上記円柱状試験片の平面上に、対応するパンチを上方から打ち込み、カップ状成型物を形成した。このとき、パンチの打ち込み深さ（即ち穿孔深さ）を順次増していき、カップ状成型物のカップ内壁に焼き付きの発生しない限界の深さを本実施例における最大穿孔深さ（mm）とした。結果を図 2 のグラフに示す。

本実施例に係るグラフから明らかなように、本実施例に係る試験片を上記塑性加工した場合の最大穿孔深さは 63 mm 以上であり、各比較例に係る試験片の最大穿孔深さを凌駕した。この結果は、本発明の潤滑剤が塑性加工（重加工）時に高い潤滑性能を発揮し得ることを示すものである。なお、かかる高い潤滑性能は実施例 1 に係る潤滑剤を使用した場合に限られるものではなく、他の実施例に係

る潤滑剤を使用した場合もほぼ同様の性能を示した。

かかる高い潤滑性能を発揮し得る一大要因として、本発明の潤滑剤では、その主成分たる架橋錯体に上記第2多座配位子（各実施例ではオルソリン酸イオン又はポリリン酸イオン）が含まれている結果、試験片およびパンチの表面に当該架橋錯体を効率的且つ強固に付着（典型的には配位結合等による化学的結合）させ得ることが挙げられる。このことは、比較例1に係る試験片との比較から明らかである。

【0091】

#### ＜実施例6：潤滑性能の評価（2）＞

本発明の水系潤滑剤の潤滑性能を別の態様の後方穿孔試験に基づいてさらに評価した。ここでは表1に示す条件①、②及び③の計3態様で後方穿孔試験を行った。以下、順を追って詳細に説明する。

【0092】

【表1】

条件	パンチ径 (mm)	試験片		断面減少率 (%)
		直径(mm)	全長(mm)	
①	13.1	24.6	19.0	28.2
②	17.6	24.6	15.0	50.9
③	22.1	24.6	9.0	80.3

【0093】

先ず、JISによるS12C鋼から表1の①、②及び③の条件に適う形状の円柱形状の試験片をそれぞれ作製した。他方、各試験片に対応して表1の①、②及び③に記載の断面減少率となるように予め設定された直径（表1参照）のパンチを用意した。

次いで、実施例5と同様、上記試験片の表面に、実施例1に係る水系潤滑剤（潤滑液）を塗布することによって上記架橋錯体から成る潤滑層を形成した。

【0094】

なお、比較例3として、本発明の水系潤滑剤に代えて上記比較例1に係る水系潤滑剤を同一の条件で塗布した試験片およびパンチを用意した。なお、この比較

例 3 に係る試験片およびパンチの形状や作製手順は、塗布された潤滑剤が異なる以外、本実施例に係る試験片およびパンチと同じである。

さらに、別の比較例（比較例 4）として、本実施例に係る水系潤滑剤の塗布・乾燥処理に代えて、上記比較例 2 と同様、従来の化成皮膜処理を施した試験片およびパンチにより、同様の後方穿孔試験に供した。なお、この比較例 4 に係る試験片およびパンチの形状や作製手順は、潤滑皮膜形成処理が異なる以外、本実施例に係る試験片およびパンチと同じである。

#### 【 0 0 9 5 】

而して、本実施例および比較例 3 & 4 に係る試験片を表 1 の条件①～③に示したような各々対応するパンチ及び所定のプレス（600 トンクランクプレス）を用いて、型温 25℃において穿孔を行い、パンチ面圧及び試験片の底圧（潤滑性能を表す一例）を測定した。これら測定結果のグラフを図 3（パンチ面圧：但し  $1 \text{ kg/mm}^2$  はほぼ  $9.8 \times 10^6 \text{ Pa}$  に相当する）および図 4（底厚：mm）として示す。

#### 【 0 0 9 6 】

これらグラフから明らかなように、表 1 に示す 3 態様（①～③）のいずれにおいても、本実施例に係る試験片を供したときのパンチ面圧は、各比較例に係る試験片を供したときよりも低かった。この結果は、本発明の潤滑剤が塑性加工時（特に軽・中加工時）に高い潤滑性能を発揮し得ることを示すものである。

また、図 4 に示す試験片底厚の値はパンチの竦み量に比例する量と見なし得るところ、本図から明らかなように、本実施例に係る試験片を供したときの底厚の値は、各比較例に係る試験片を供したときのそれよりも小さかった。この結果は、本実施例に係る潤滑剤が塑性加工時（特に重加工時）に高い潤滑性能を発揮し得ることを示すものである。このことは、図示しない XPS（ESCA）分析結果からも明らかである。すなわち、本実施例に係る後方穿孔試験において、試験片の底部（高温部）のほうが、それ以外の部位よりも硫化金属（典型的には FeS）の発生量が増加していることが認められた。

#### 【 0 0 9 7 】

以上の実施例から明らかなように、本発明の潤滑剤を用いると、リン酸皮膜形

成を伴う煩雑な化成皮膜形成処理を行うことなく、簡単且つ短時間の処理（通常は塗布するのみ）で金属加工材料等の表面に上記架橋錯体から成る強固な潤滑層を付着・形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 一実施例に係る赤外線吸収スペクトルを示すチャートである。

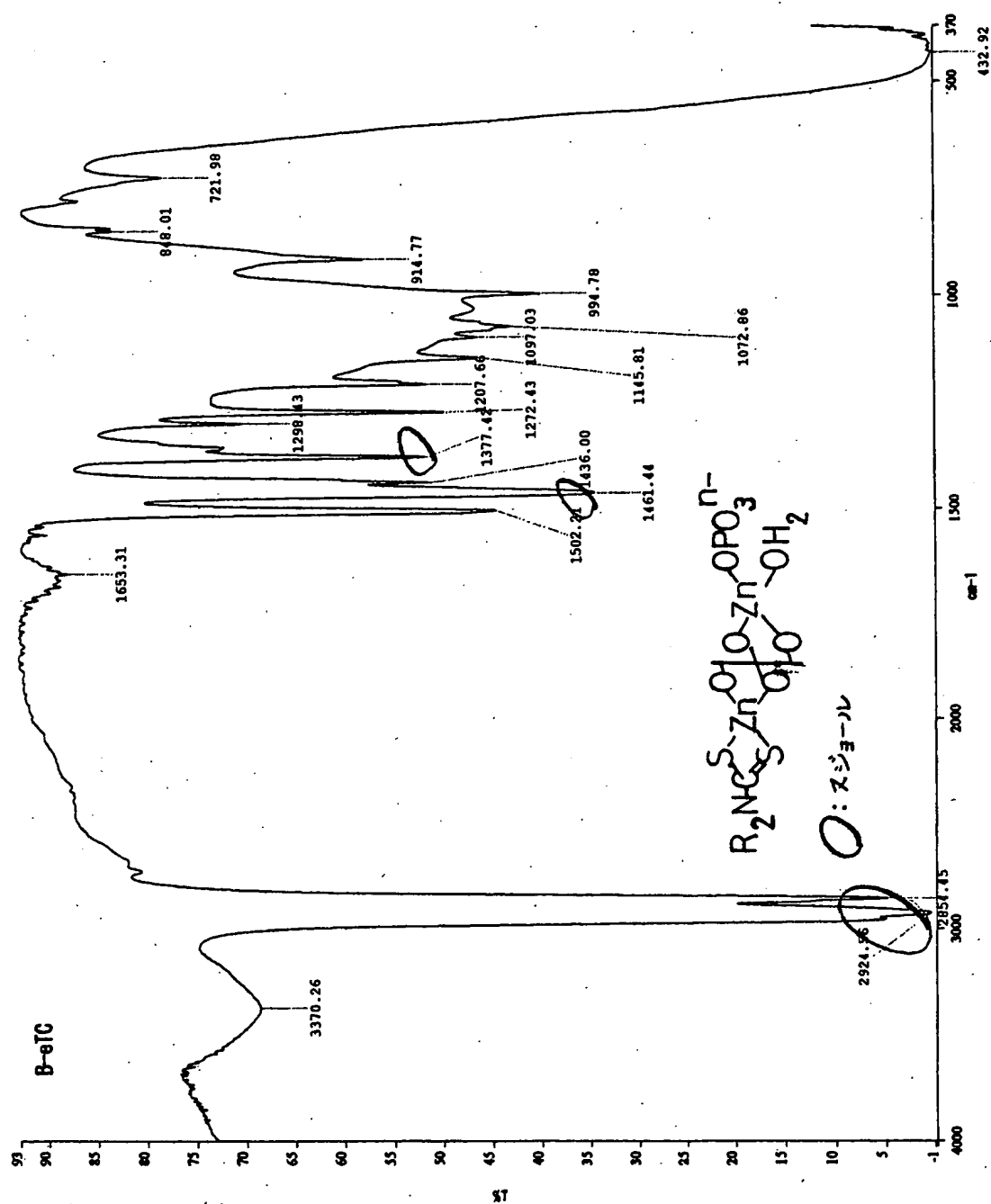
【図 2】 一実施例に係る後方穿孔試験における最大後方穿孔深さを示すグラフである。

【図 3】 一実施例に係る後方穿孔試験におけるパンチ面圧を示すグラフである。

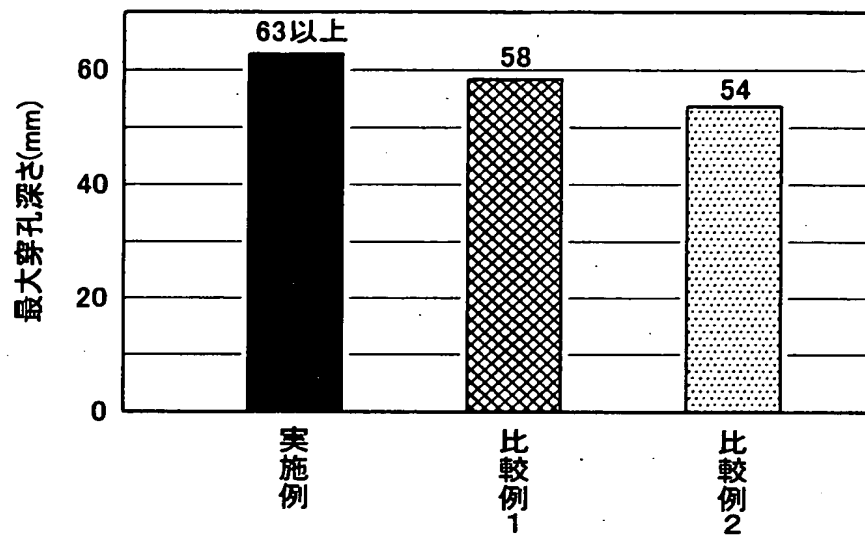
【図 4】 一実施例に係る後方穿孔試験における試験片の底厚を示すグラフである。

【書類名】 図面

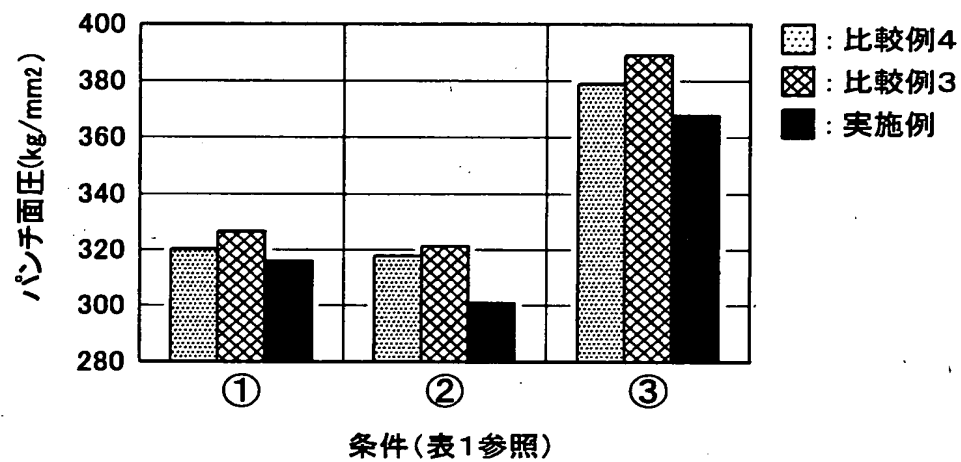
【図 1】



【図 2】

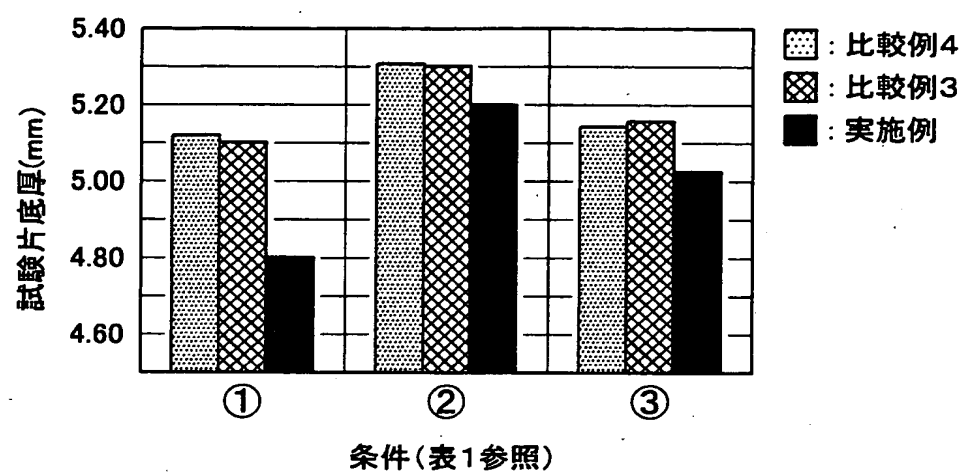


【図 3】





【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 簡便且つ短時間に塑性加工用金属加工材料等の表面に潤滑層を形成し得る潤滑剤を提供すること。

【解決手段】 上記課題を解決する本発明の潤滑剤は、次の条件：(1).中心金属原子を二以上有する；(2).該二以上の中心金属原子間には、一又は二以上の多座配位子が架橋されている；(3).それら中心金属原子の少なくとも一つには、金属原子へ配位可能な配位原子であって該二以上の中心金属原子のいずれにも配位していない原子を一又は二以上有する多座配位子が部分的に配位している；をいずれも具備して成る架橋錯体を潤滑主剤として含有する。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [593078257]

1. 変更年月日	1993年 4月21日
[変更理由]	新規登録
住 所	愛知県豊田市柿本町7丁目16番地1
氏 名	株式会社メックインターナショナル

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[594153959]

1. 変更年月日	1994年 9月13日
[変更理由]	新規登録
住 所	愛知県刈谷市下重原町4-7
氏 名	尾嶋 平次郎